

Návod pro obsluhu DSC 7 Perkin Elmer

Zapnutí

1) Nejdříve se otevře přívod studené vody do DSC jednotky, který funguje jako chlazení na udržení standardní teploty přístroje. Proud vody se nastaví tak, aby nebyl příliš silný, a zkontroluje se, zda přívodní a odvodní hadice nekape do přístroje.

2) Poté se zapne vypínač na DSC 7.

3) Otevře se přívod plynu, konkrétně dusíku. Při každém měření je nutné, aby množství přiváděného plynu bylo stejné, například vždy 3,5 baru, proto se nenastavuje jiný tlak, pouze se otevírá/uzavírá ventil znázorněný na obr. 1.



Obrázek 1: Redukční ventil na dusíkové lahvi

4) Spustí se řídicí jednotka TAC 7. Indikační diody na DSC7 probliknou a svítí pouze READY.

5) Nakonec se zapne PC spolu s monitorem.

Spuštění programu

1) Po zapnutí všech příslušných součástí si počítač vyžádá zadání vstupních dat - datum a čas. Tyto údaje není třeba zadávat a je možné je obejít (*Enter*). Znalost data a času měření je však vhodná pro časovou posloupnost měření.

2) Do příkazového řádku se zadá příkaz „*cd nc*“ a potvrdí tlačítkem *enter*. Poté se do příkazového řádku zadá „*nc*“ a opět se potvrdí tlačítkem *Enter*. Otevře se správce souborů Norton commander. Modrá obrazovka je rozdělená do dvou částí, které představují jednotlivé disky. V nabídce se pohybuje pomocí šipek na klávesnici a mezi disky pomocí tabulátoru. Pro vyvolání softwaru pro termickou analýzu je určen soubor s názvem *ta (exe)* ve složce *PE* na disku *C*.

3) Pro spuštění diferenční skenovací kalorimetrie se vybere možnost *DSC7 standart* a objeví se nabídka dvou možností. Možnost *F1* představuje část určenou pro měření vzorků. Tlačítko *F2* pak představuje část, kde se naměřená data analyzují. Po zvolení funkce *F1* se na obrazovce objeví prostor pro zadání názvu vzorku. Tento název nesmí obsahovat více než 30 alfanumerických znaků. Druhý údaj, který si počítač vyžádá, je název operátora. Tento údaj nesmí obsahovat více než 20 alfanumerických znaků. Oba výše zmíněné údaje je možné přeskočit pomocí klávesy *Enter*.

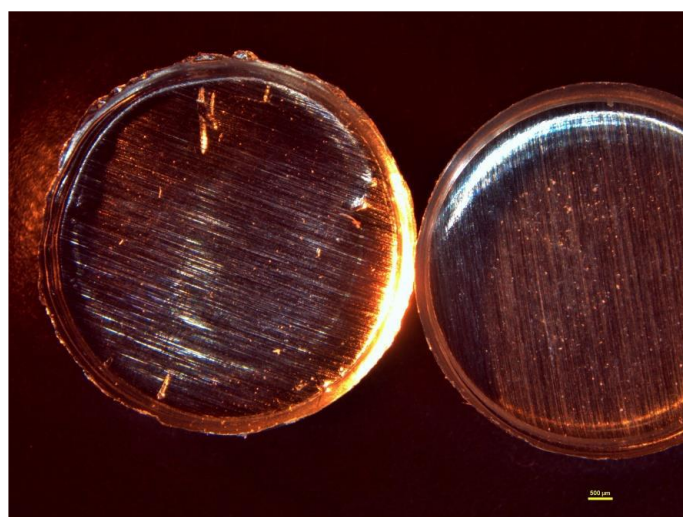
Příprava vzorku

- 1) Pomocí DSC se mohou měřit vzorky kapalné či pevné. Pevné vzorky mohou být například ve formě filmů, prachů, krystalů nebo granulátů. Nosiči vzorků jsou pánvičky.
- 2) **Pánvičky jsou hliněné a je velmi důležité, aby teplota nikdy nepřekročila 600 °C.** V takovém případě by mohlo dojít k poškození pánvičky a následně DSC jednotky. K pánvičce náleží víčko, pomocí kterého se pánvička uzavře. V experimentech vždy používejte pánvičky s otvory (*with holes*).
- 3) Nejprve se naváží potřebné množství vzorku do hliněné pánvičky. S pánvičkou je nutné manipulovat pouze pomocí pinzety a mikropřísavky, aby nedošlo ke znečištění a poškození pánvičky (viz. Obrázek 2).



Obrázek 2: Pánvička naplněná vzorkem

- 4) Pánvička se uzavře víčkem pomocí krimpovacího lisu, kdy se pánvička s naváženým vzorkem a přikrytá víčkem vloží do nástavce a ten se pak vloží na příslušné místo lisu. Lisovací páka se pomocí tlaku ruky stlačí třikrát dolů. Uzavřená pánvička se vyjme z nástavce pomocí mikropřísavky a vloží se do měřicí cely DSC. Správně uzavřená pánvička má hladký okraj, není nijak porušena a je uzavřena po celém obvodu. Na obrázku 3 vlevo je příklad špatně uzavřené pánvičky, tato pánvička nemá hladký okraj.



Obrázek 3: Špatně a správně zalisovaná pánvička

5) Před měřením je nutné si určit parametry a podmínky měření. Ty jsou uvedeny specificky u každé úlohy. Po jejich nastavení už stačí zvolit klávesu *F6* pro spuštění měření. Před spuštěním měření je dále nutno zadat název souboru *Baseline*, který kompenzuje nelinearitu základní linie. Název aktuálního souboru je vždy vyznačen u přístroje *DSC7*.

6) Po správném provedení všech výše zmíněných kroků se na obrazovce objeví prázdný prostor pro graf, který se bude postupně objevovat po spuštění měření. Pod tímto prostorem je několik možností, pomocí kterých operatér řídí průběh měření:

F1	PARAMETERS
F2	CONDITIONS
F3	ID SAMPLE
F4	RECALL FILE
F5	DIRECT CTRL
F6	BEGIN RUN
F7	VIEW PARAM
F8	SAVE DATA
F9	ANALYSIS
F10	EXIT

Po každém měření se uloží naměřená data stiskem *F8*. Po skončení měření se ukončí program klávesou *F10*.

Analýza dat

1) Pomocí příkazu *F9* lze provést analýzu naměřených dat.

2) Výběr datového souboru lze provést příkazem **Recall**. **Recall 1st** vyvolá soubor, na kterém je prováděna analýza dat. **Recall 2nd** vyvolá druhou křivku, kterou je pak možno porovnat přímo na monitoru s daty prvního souboru.

3) Pro **analýzu píku** zvolte možnost **Peak**. Pomocí šipek pak lze nastavit levou a pravou hranici píku. Přepínání mezi limitními hodnotami se provádí klávesou *Insert*. Po potvrzení výběru klávesou *Enter* se zobrazí parametry píku – teplota odpovídající nástupu píku a entalpie.

Vypnutí

1) Před vypnutím je důležité se ujistit, že všechna naměřená data jsou uložena. Neuložené výsledky měření budou po vypnutí ztraceny.

2) Vyjme se pánvička se studovaným vzorkem z *DSC*.

3) Zvolí se možnost *Exit* pomocí klávesy *F10* a pomocí *Y* se ukončení softwaru potvrdí.

4) Vypnutí všech součástí probíhá v následujícím pořadí: nejprve počítač s monitorem, řídicí jednotka *TAC*, přívod plynu, jednotka *DSC* a nakonec chlazení.